

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
21. Juli 2005 (21.07.2005)

PCT

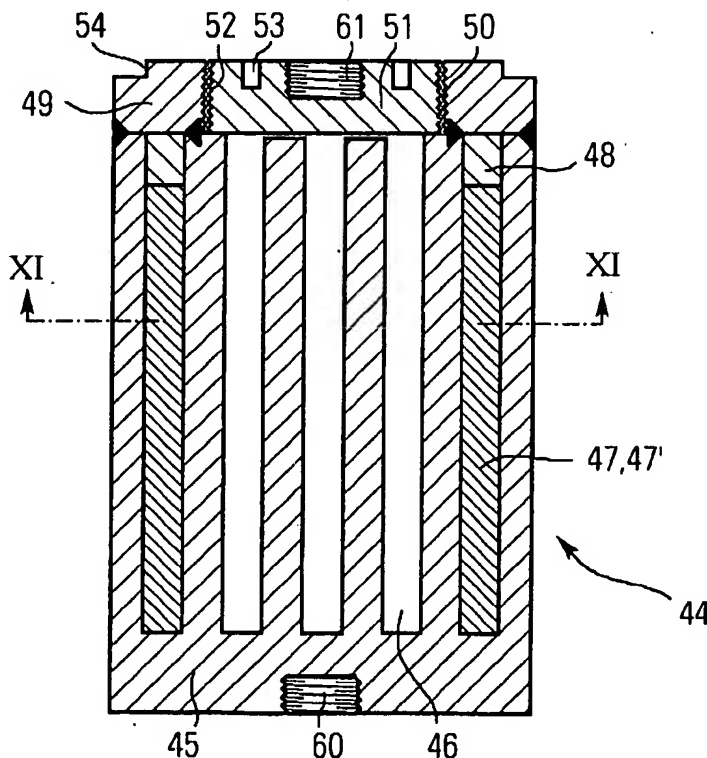
(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2005/066559 A2

- | | | |
|---|-----------------------------|---|
| (51) Internationale Patentklassifikation ⁷ : | F25D | (71) Anmelder und |
| (21) Internationales Aktenzeichen: | PCT/EP2005/000086 | (72) Erfinder: SIXT, Bernhard [DE/DE]; Waldstrasse 26, 85667 Oberpfaffenhofen (DE). |
| (22) Internationales Anmeldedatum: | 7. Januar 2005 (07.01.2005) | (72) Erfinder; und |
| (25) Einreichungssprache: | Deutsch | (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): SIXT, Stefan [DE/DE]; Liebigstrasse 15, 82008 Unterhaching (DE). |
| (26) Veröffentlichungssprache: | Deutsch | (74) Anwalt: SANDMANN, Joachim; Hirtenstrasse 19, 85521 Ottobrunn (DE). |
| (30) Angaben zur Priorität: | | (81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, |
| 10 2004 001 351.9 | 8. Januar 2004 (08.01.2004) | DE |
| 10 2004 032 840.4 | 6. Juli 2004 (06.07.2004) | DE |

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: TRANSPORT CONTAINER FOR KEEPING FROZEN MATERIAL CHILLED

(54) Bezeichnung: TRANSPORTBEHÄLTER ZUR KÜHLHALTUNG VON GEFRORENEM GUT



(57) Abstract: Disclosed is a transport container for shipping frozen material, particularly biological tissue samples. Said transport container comprises a jacket-shaped insulation (superinsulation) and a removable inner container (44) which is provided with at least one coolant chamber (47) with a coolant filling (47'), and at least one chilling chamber (46) that is located inside the coolant chamber (47). The coolant, e.g. mercury having a melting temperature of about -39 °C, is permanently and hermetically enclosed in the coolant chamber (47) and is solidified in a freezing process using liquid nitrogen, for example, before being shipped. The chilling chamber (46), and thus the sample, is maintained at said temperature level during shipping while the coolant or mercury melts slowly.

(57) Zusammenfassung: Zur Versendung von tiefgekühltem Gut, namentlich von biologischen Gewebeproben, ist ein Transportbehälter mit einer mantelförmigen Isolierung (Superisolierung) und einem entnehmbaren Innenbehälter (44) vorgesehen, der wenigstens eine Kältemittelkammer (47) mit einer Kältemittelfüllung (47') sowie wenigstens eine Kühlkammer (46) innerhalb der Kältemittelkammer (47) enthält. Das

Kältemittel, beispielsweise Quecksilber

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

WO 2005/066559 A2



CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

- (84) **Bestimmungsstaaten** (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Erklärungen gemäß Regel 4.17:

- hinsichtlich der Berechtigung des Anmelders, ein Patent zu beantragen und zu erhalten (Regel 4.17 Ziffer ii) für die folgenden Bestimmungsstaaten AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN,

MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW, ARIPO Patent (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG)

- hinsichtlich der Berechtigung des Anmelders, die Priorität einer früheren Anmeldung zu beanspruchen (Regel 4.17 Ziffer iii) für alle Bestimmungsstaaten
- hinsichtlich der Berechtigung des Anmelders, die Priorität einer früheren Anmeldung zu beanspruchen (Regel 4.17 Ziffer iii) für alle Bestimmungsstaaten

Veröffentlicht:

- ohne internationalen Recherchenbericht und erneut zu veröffentlichen nach Erhalt des Berichts

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

mit einer Schmelztemperatur von ca. -39°C, ist dauerhaft hermetisch in der Kältemittelkammer (47) eingeschlossen und wird vor der Versendung durch Tiefkühlung beispielsweise mittels verflüssigtem Stickstoff verfestigt. Unter langsamem Schmelzen des Kältemittels bzw. Quecksilbers wird die Kühlkammer (46) und damit die Probe während der Versendung auf diesem Temperaturwert gehalten.

5

10 **Titel:** Transportbehälter zur Kühllhaltung von gefrorenem Gut.

Beschreibung:

15

Die Erfindung bezieht sich auf einen Transportbehälter zur Kühllhaltung von gefrorenem Gut, insbesondere von gefrorenen biologischen Gewebeproben oder Zellkulturen, mit einer Isolierung, die eine Isolierkammer umschließt, mit einem in der Isolierkammer entnehmbar angeordneten Innenbehälter, der in einer Kammer das gefrorene Gut aufnimmt, und mit einem durch Phasenumwandlung Kälte abgebenden Kältemittel.

20

25

Eine altbekannte Maßnahme zum Kühllhalten eines Gutes besteht darin, das Gut in einen Isolierbehälter zu geben und so gegen Wärmezutritt zu schützen. Insbesondere bei einem Transportbehälter sind der Isolierungswandstärke und damit der Isolierungswirkung jedoch Grenzen gesetzt. Es ist daher insbesondere bei längeren Aufbewahrungs- oder Transportzeiten unumgänglich, dafür zu sorgen, dass eindringende Wärme durch eine entsprechende Kälteerzeugung ausgeglichen wird, um ein schädliches Ansteigen der Temperatur oder gar ein Auftauen von gefrorenem Gut zu vermeiden.

30

Es ist bekannt, die zur Kompensation einströmender Wärme benötigte Kälte durch ein auf niedriger Temperatur befindliches Kältemittel zur Verfügung zu stellen, das zusätzlich zum Gut in die entsprechend überdimensionierte Isolierkammer des Transportbehälters eingefüllt wird. In diesem Falle bedarf es nicht des Aufwands einer Kühleinrichtung mit umzuwälzenden Medien. Durch Ausnutzung der Phasenum-

wandlung des Kältemittels beim Übergang fest → flüssig (Schmelzwärme), flüssig → gasförmig (Verdampfungswärme) oder fest → gasförmig (Sublimationswärme) läßt sich für die mengenabhängige Umwandlungsdauer eine gleichbleibende Temperatur erzielen.

5

Bekannte Beispiele für derartige in Transportbehältern verwendete Kältemittel sind Eis (Wasser), Trockeneis (Kohlendioxid) und flüssiger Stickstoff. Während Eis einen zu hohen Schmelzpunkt von 0 °C hat, um zum Kühlhalten von Gefriergut eingesetzt zu werden, liegen die Sublimationstemperatur von verfestigtem Kohlendioxid und die Siedetemperatur von flüssigem Stickstoff wesentlich unter den üblichen Gefriergut-
10 Temperaturen, so dass zur Vermeidung einer übermäßigen Abkühlung des Gefrier-
guts Zusatzmaßnahmen wie eine Isolierwand zwischen dem Kältemittel und dem Gut für eine richtige Temperierung getroffen werden müssen. Insbesondere aber
15 kommt hinzu, dass hier die Umwandlung jeweils in die gasförmige Phase stattfindet, so dass vergleichsweise große Gasvolumina anfallen, die nach außen abgeleitet werden müssen. Das führt in geschlossenen Räumen zu Problemen, was beispielsweise die Beförderung eines entsprechenden Transportbehälters in einem Flugzeug erschwert.

20 Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, einen vergleichsweise kleinen und leichten und damit handlichen Transportbehälter zur Verfügung zu stellen, mit dem das gefrorene Gut auf einfache Weise während einer vorbestimmten Transportdauer sicher auf der vorgesehenen Kühltemperatur gehalten wird, ohne dass dabei Gase freigesetzt werden und ohne dass Maßnahmen zur Verhinderung einer zu starken
25 Unterkühlung des Gutes erforderlich sind.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, dass wenigstens eine Kühl-
kammer für das Gut und wenigstens eine von der Kühlkammer getrennte Kältemittel-
kammer vorgesehen sind, die das Kältemittel enthält und dauerhaft hermetisch ver-
30 schlossen ist, dass ein Kältemittel mit einem Phasenübergang fest/flüssig im Temperaturbereich von -15° bis -100°C vorgesehen ist und dass die Isolierung eine Super-
isolierung mit einer Wärmeleitzahl $\lambda \leq 0,01$ W/m K ist.

Als Kältemittel kommen Quecksilber oder auch organische Substanzen oder Mischungen in Betracht, deren Phasenumwandlungstemperatur vorzugsweise zwischen -30° und -85°C liegt. Verfestigtes Quecksilber hat einen Schmelzpunkt von ca. -39°C (bei Atmosphärendruck). Diese Temperatur ist zum Kühlhalten von biologischem Material wie Gewebeproben oder Zellkulturen, die beispielsweise zur Analyse von Proteinen und RNA zur Diagnose von Krankheitszuständen (Krebs) versandt werden, sehr geeignet und schließt von vornherein Schäden durch eine Unterkühlung aus. Ein weiterer Vorteil liegt darin, dass bei der Nutzung des Kältemittels weder Gas noch Dampf anfällt und sich praktisch keine Volumenveränderung beim Phasenübergang ergibt.

Beim erfindungsgemäßen Transportbehälter verbleibt das Kältemittel unzugänglich im Gehäuse der Kältemittelkammer bzw. im Innenbehälter. Das nach einem Transport verflüssigte (verbrauchte) Quecksilber lässt sich durch Tiefkühlung des entnehmbaren Kältemittelbehälters oder Innenbehälters durch eine Phasen-Rückumwandlung flüssig \rightarrow fest wieder für einen neuen Kühltransport bereiten, beispielsweise durch Eintauchen in flüssigen Stickstoff.

Zweckmäßige Ausgestaltungen und Weiterbildungen des erfindungsgemäßen Transportbehälters ergeben sich aus den Unteransprüchen. Diese sind außer auf die Vermeidung von Gefahren durch giftiges Kältemittel wie Quecksilber auch auf eine besonders einfache Herstellung und Handhabung des Transportbehälters und auf eine Anpassung der Kühlhalteleistung an den zu bewältigenden Transportweg und damit die Kühlhaltedauer gerichtet.

Ausführungsbeispiele des erfindungsgemäßen Transportbehälters werden nachfolgend anhand einer schematischen Zeichnung näher erläutert. Es zeigen:

Figur 1 den Transportbehälter mit wesentlichen Teilen im Vertikalschnitt;

Figur 2 den Transportbehälter in einem horizontalen Querschnitt längs Linie II-II;

- Figur 3 den Innenbehälter aus Figur 1 im Vertikalschnitt und im vergrößerten Maßstab;
- 5 Figur 4 einen der zwei Zusatzbehälter aus Figur 1 – gleichfalls im Vertikalschnitt und im vergrößerten Maßstab;
- Figur 5 einen zum Austausch gegen einen Zusatzbehälter vorgesehenen Isolierstopfen mit entsprechenden Abmessungen in Seitenansicht;
- 10 Figur 6 einen abgeänderten Innenbehälter in einer Figur 3 entsprechenden Darstellung;
- Figur 7 einen Schnitt längs Linie VII-VII in Figur 6;
- 15 Figur 8 eine Ausschnittvergrößerung mit der verschlossenen Einfüllöffnung aus Figur 6;
- Figur 9 einen gegenüber Figur 4 abgeänderten Zusatzbehälter;
- 20 Figur 10 einen Innenbehälter ähnlich Figuren 3 und 6 in anderer Ausführung;
- Figur 11 einen Horizontalschnitt längs Linie XI-XI in Figur 10;
- Figur 12 einen Zusatzbehälter ähnlich Figuren 4 und 9 in anderer Ausführung;
- 25 Figur 13 in einer Figur 8 vergleichbaren Darstellung einen Einschleif-Stopfen;
- Figur 14 den Stopfen gemäß Figur 13 nach dem Anbringen eines Überzugs;
- 30 Figur 15 den in die Einfüllöffnung eingebauten Stopfen mit außenseitiger Verschweißung;
- Figur 16 die Anordnung gemäß Figur 15 nach einer Endbearbeitung;

Figur 17 den verschweißungsfrei in die Einfüllöffnung eingebauten Stopfen;

Figur 18 die Anordnung gemäß Figur 17 nach einer Endbearbeitung; und

5 Figur 19 im Axialschnitt einen Innenbehälter mit einer zusätzlichen Mantelkühlung durch ein höher schmelzendes Kältemittel.

Der Transportbehälter 1 gemäß Figuren 1 und 2 ist zylindrisch ausgebildet. Er umfaßt in coaxialer Anordnung einen gleichfalls zylindrischen Innenbehälter 2 sowie
10 zwei ebenfalls zylindrische Zusatzbehälter 3, 4, die stirnseitig oberhalb bzw. unterhalb des Innenbehälters 2 in einer Isolierkammer 5 angeordnet sind. Die Isolierkammer 5 ist von einer dickwandigen becherförmigen Isolierung 6 mit einem innenseitig gestuften oberen Rand 7 gebildet, der einen entsprechend abgestuften dickwandigen Isolierschluß 8 in Deckelform aufnimmt, der die Isolierkammer 5 verschließt.
15 Die Isolierung 6 ist von einem steifen Schutzrohr 9 eng umschlossen, das an seinen beiden Enden mit jeweils einem Außengewinde versehen ist, mit dem der übergreifende Gewinderand 10 eines Schraubdeckels 11 bzw. 12 fest verschraubt ist.

Die Isolierung 6 und der Isolierschluß 8 bestehen aus einem hochwertigen Wärmedämmmaterial mit einer sehr niedrigen Wärmeleitfähigkeit λ von beispielsweise 0,002 W/m K. Dieses bekannte Wärmedämmmaterial wird wegen der hervorragenden Isolierwirkung auch als Superisolierung bezeichnet.
20

Der Innenbehälter 2 ist in Figur 3 dargestellt. Er besteht aus einem hohlen Gehäuse oder Becherteil 13 und einem mit diesem verschraubten Schraubdeckel 14. Im Becherteil 13 sind eine ebenfalls becherförmige Kältemittelkammer 15 und eine zentrale Kühlkammer 16 ausgebildet, die mittels des Schraubdeckels 14 verschlossen ist. Die Kühlkammer 16 nimmt das kühl zu haltende und zu transportierende Gut 17 auf, im dargestellten Fall eine Probe in einem Probenbehälter 18, dessen oberes Ende
30 durch ein Verschußteil 19 verschlossen ist. Die Kältemittelkammer 15 ist mit einem Kältemittel 15' (zum Beispiel Quecksilber) gefüllt, das tiefgekühlt im festen Zustand dargestellt ist. Um das Kältemittel 15' einfüllen zu können, ist der Becherteil 13 zentral an seinem Boden mit einer Einfüllöffnung 20 versehen, die ein Gewinde aufweist, in das ein Imbus-Schraubstopfen 21 eingeschraubt ist. Der Schraubstopfen 21

ist so bemessen und so weit in die Einfüllöffnung 20 eingeschraubt, dass eine äußere Bodenvertiefung 22 am Becherteil 13 vorhanden ist. Diese Bodenvertiefung 22 nimmt eine Schweißraupe 23 auf, die beim Zuschweißen der Einfüllöffnung 20 entsteht. Dementsprechend ist die Kältemittelkammer 15 dauerhaft hermetisch verschlossen, so dass ein Austreten von Kältemittel 15' nicht zu befürchten ist.

Der Becherteil 13 und der Schraubdeckel 14 sind aus einem Werkstoff von hoher Festigkeit hergestellt, damit Druck- und Stoßbelastungen verformungsfrei aufgenommen werden und sicher gestellt ist, dass es auch in extremen Situationen wie einem Flugzeugabsturz nicht zu einer Beschädigung und einem Austritt von Kältemittel (Quecksilber) kommt. Geeignete Werkstoffe für den Innenbehälter 2 sind z.B. Edelstahl, Titan oder Titanlegierungen (TiAl5Sn2), die nicht nur eine hohe Festigkeit aufweisen sondern auch vergleichsweise leicht sind, was das Transportgewicht verringert. Bei Kältemitteln, die weniger giftig als Quecksilber sind, kommen auch andere Werkstoffe wie Aluminium oder kältefester Kunststoff in Betracht.

Die Zusatzbehälter 3 und 4 sind gemäß Figur 4 ebenfalls hohlzylindrisch mit einer Kältemittelkammer 24 jedoch ohne Kühlkammer ausgebildet. Die Kältemittelkammer 24 ist ebenfalls mit einem Kältemittel 24' gefüllt, und wie in Figur 3 sind die Zusatzbehälter 3, 4 jeweils bodenseitig zentral mit einer Einfüllöffnung 25, einem Schraubstopfen 26 und einer Schweißraupe 27 versehen. Die Zusatzbehälter 3, 4 können ebenfalls aus den vorgenannten Werkstoffen hergestellt sein.

Figur 5 zeigt einen zylindrischen Isolierstopfen 28 in den Abmessungen der Zusatzbehälter 3, 4. Solche Isolierstopfen 28 können anstelle der Zusatzbehälter 3, 4 in die Kühlkammer 16 eingelegt werden, falls bei entsprechend kurzer Transportstrecke bzw. Transportdauer bereits das Kältemittel 15' im Innenbehälter 2 sicher ausreicht, um das Gut 17 während des Transports kühl zu halten.

Gemäß Figur 6 ist ein Innenbehälter 30 vorgesehen, der anstelle des Innenbehälters 2 verwendet werden kann. Der Innenbehälter 30 ist zylindrisch geformt und besitzt eine von seiner Oberseite ausgehende zentrale zylindrische Kühlkammer 31, die von einer ringförmigen Kältemittelkammer 32 im Wandabstand umschlossen ist. Diese Kältemittelkammer 32 endet im Wandabstand von der oberen Stirnseite und der un-

teren Stirnseite des Innenbehälters 30. Die Kältemittelkammer 32 ist auch hier mit Kältemittel 32' gefüllt. Zu dessen Einbringen ist in der oberen Stirnseite des Innenbehälters 30 eine sich zur Kältemittelkammer 32 leicht konisch verjüngende Einfüllöffnung 33 ausgebildet, wie insbesondere Figur 8 zeigt. Nach dem Einfüllen des Kältemittels 32' wurde die Einfüllöffnung 33 mittels eines Stopfens 34 verschlossen, der ebenfalls aus Edelstahl oder Titan bestehen kann. Oberhalb des Stopfens 34 ist die Einfüllöffnung 33 mittels einer Schweißraupe 35 zugeschweißt.

Der konische Stopfen 34 kann sinnvollerweise mit Preßsitz eingebaut werden, indem er mit starker Unterkühlung vor dem Einbau geschrumpft wird. Wahlweise kann auch eine ringförmige Dichtung 36 aus amalgamformendem Metall wie z.B. Kupfer mit eingebaut werden. Dabei kommt es zur Amalgambildung (Hg-Cu-Legierung), und es kann evtl. auf das Zuschweißen mittels der Schweißraupe 37 verzichtet werden.

Figur 9 zeigt einen Zusatzbehälter 37, der ebenfalls aus Edelstahl oder Titan hergestellt sein kann. Auch dieser Zusatzbehälter 37 weist eine mit Kältemittel 38' gefüllte Kältemittelkammer 38 auf, wobei eine Figur 4 oder Figur 8 entsprechende Ausbildung für das Einfüllen und Verschließen vorgesehen ist (in Figur 9 nicht dargestellt).

Der Zusatzbehälter 37 weist an seiner oberen Stirnseite einen zentralen, kurzen Gewindezapfen 39 auf, der in eine zentrale Innengewindebohrung 40 an der Unterseite des Innenbehälters 30 paßt. Daher läßt sich der Zusatzbehälter 37 fest mit dem Innenbehälter 30 verbinden und dabei eine dichte Anlage zwischen den Behältern 30 und 37 erzielen, was einen guten Wärmeübergang gewährleistet.

Ein weiterer Zusatzbehälter 37 läßt sich in entsprechender Weise oberseitig an den Innenbehälter 30 anschließen. Dazu dient das Innengewinde 41 am oberen Rand der Kühlkammer 31. Diese ist in einer solchen axialen Länge ausgeführt, dass ein Schraubstopfen 42 zum Verschließen der Kühlkammer 31 mittels eines Imbusschlüssels soweit eingeschraubt werden kann, dass der Gewindezapfen 39 des Zusatzbehälters 37 auch noch in das obere Ende des Innengewindes 40 eingeschraubt werden kann.

Figur 10 zeigt einen anderen Innenbehälter 44, der einen zylindrischen Block 45 aus Edelstahl oder Titan umfaßt, in den von der oberen Stirnseite ausgehend eine Vielzahl von Bohrungen eingebracht sind. Im einzelnen sind gemäß Figur 11 eine zentrale Bohrung längs der Zylinderachse vorgesehen, die von einem inneren Kranz von
5 koaxialen Bohrungen umgeben ist, den ein Außenkranz von koaxialen Bohrungen umschließt. Die zentrale Bohrung und die Bohrungen des Innenkranzes bilden Kühlkammern 46, so dass insgesamt sieben Probenbehälter 18 gemäß Figur 3 aufgenommen werden können. Die zwölf Bohrungen des Außenkranzes bilden Kältemittelkammern 47, die jeweils eine Kältemittelfüllung 47' aufweisen. An ihrem oberen
10 Ende sind die Kältemittelkammern 47 mittels eines Stopfens 48 verschlossen, der eingeschraubt oder mittels Wärmeschrumpfung eingesetzt und mit Preßsitz gehalten sein kann.

Eine zusätzliche Sicherung gegen ein Austreten von Kältemittel 47' ist dadurch erreicht, dass ein den Außenkranz von Kältemittelkammern 46 überdeckender Deckelring 49 vorgesehen ist, der fest mit dem Zylinderblock 45 verschweißt ist, wie es Figur 10 zeigt.

Der Deckelring 49 weist ein Innengewinde 50 auf, in den ein scheibenförmiger
20 Schraubstopfen 51 mit seinem Außengewinde 52 eingeschraubt ist, der oberseitig bündig mit dem Deckelring 49 abschließt. Der Schraubstopfen 51, der die Kühlkammern 46 abschließt, weist an seiner Oberseite zwei um 90° zueinander versetzte Paare von sich diametral gegenüberliegenden Lochbohrungen 53 zum Ansetzen eines Stiftschlüssels beim Einschrauben bzw. Ausschrauben auf. Der Deckelring 49
25 weist zwei einander diametral gegenüberliegende Nuten 54 auf, die zwei parallele Abflachungen zum Ansetzen eines Schraubenschlüssels bilden, damit eine hohe Schraubkraft auf den Schraubstopfen 51 aufgebracht werden kann.

Gemäß Figur 12 ist auch ein Zusatzbehälter 55 in Form eines Zylinderblocks 56 vorgesehen, der ähnlich wie der Zylinderblock 45 einen Außenkranz und einen Innenkranz von Bohrungen, jedoch keine zentrale Bohrung aufweist. Hier bilden beide Kränze von Bohrungen Kältemittelkammern 57, die eine Kältemittelfüllung 57' aufnehmen. Die Kältemittelkammern 57 sind an ihren oberen Enden jeweils mittels ei-

nes Stopfens 58 verschlossen, der wie die Stopfen 48 in Figur 10 eingeschraubt oder mittels Kälteschrumpfung mit Preßsitz angebracht sein kann.

5 Der Zylinderblock 56 ist oberseitig mit einem zentralen Gewindezapfen 59 zur Verbindung mit dem Innenbehälter 44 gemäß Figur 10 versehen. Dementsprechend weist der Zylinderblock 45 unterseitig eine zentrale Gewindebohrung 60 auf. Eine entsprechende Gewindebohrung 61 ist zentral an der Oberseite des Schraubstopfens 51 vorgesehen, so dass an beide Enden des Innenbehälters 44 ein Zusatzbe-

10

Figur 13 zeigt in einer Figur 8 entsprechenden vergrößerten Darstellung einen anderen konischen Stopfen 62 zum Verschließen der konischen Einfüllöffnung 33 jedoch noch vor dem Einsetzen. Der Stopfen 62 weist einen schaftförmigen Ansatz 63 auf, der dazu dient, den konischen Stopfen 62 zu rotieren und in die Einfüllöffnung 33 einzuschleifen. Nach diesem Einpassen des Stopfens 62 wird dieser mit einem elektro-

15

Der Stopfen 62 mit dem Überzug 64 wird nunmehr in die Einfüllöffnung 33 eingebaut, zweckmäßigerweise mittels Wärmeschrumpfung, so dass er mit Preßsitz in der Einfüllöffnung 33 gehalten ist. Bevorzugt kommen dafür zwei Einbauvarianten in Betracht: Gemäß Figur 15 wird der Stopfen 62 entsprechend den gewählten Abmessungen in der Einfüllöffnung 33 versenkt angeordnet, worauf ein ergänzendes Zuschweißen mittels der Schweißraupe 65 erfolgt. In einem Endbearbeitungsschritt werden dann der Stopfen 62 und die vorstehende Schweißraupe 65 mit einer glatten

20

25

Nach der Alternative gemäß Figur 17 füllt der Stopfen 62 die Einfüllöffnung 33 vollständig aus. Hier wird der überstehende Teil des Stopfens 62 und insbesondere der gesamte schaftförmige Ansatz 63 bis auf eine Bearbeitungsfläche 67 abgetragen, die gemäß Figur 18 bündig mit der Oberfläche 68 des die Kältemittelkammer 32 auf-

30

nehmenden Gehäuses bzw. Innenbehälters 30 abschließt.

Der Innenbehälter 70 gemäß Figur 19 entspricht weitgehend dem in Figur 3 dargestellten Innenbehälter 2. Der zylindrisch geformte Innenbehälter 70 weist eine Kältemittelkammer 71 auf, die mit dem Kältemittel 71' gefüllt ist. Eine Innenwandung 72 und eine Außenwandung 73 begrenzen die Kältemittelkammer 71, die in der bereits
5 vorstehend beschriebenen Weise mit Kältemittel 71' gefüllt und hermetisch verschlossen wurde, was in der Figur 19 nicht dargestellt ist. Die Innenwandung 72 umschließt eine Kühlkammer 74, die zur Aufnahme der Probe vorgesehen ist. Eine wiederum als Superisolierung ausgeführte Innenisolierung 75 umschließt die Kältemittelkammer 71. Diese Innenisolierung 75 ist von einer im wesentlichen zylinderförmigen
10 Wandung 76 umschlossen. Das obere Ende der Kühlkammer 74 ist wiederum durch einen nicht geschnitten dargestellten Deckel 77 verschlossen, der einen in das obere Ende der Innenwandung 72 eingeschraubten Stopfen und eine Deckelplatte mit Isolierwirkung umfaßt. Der Innenbehälter 70 könnte in der bisher beschriebenen Ausführung bereits eingesetzt werden, wenn wegen kurzer Transportdauer und Lagerzeit keine erhöhte Kältekapazität benötigt wird.
15

Die Besonderheit des Innenbehälters 70 besteht darin, dass er eine die Wandung 76 umschließende Mantelkammer 78 aufweist, die ein im Vergleich zum Kältemittel 71' höher schmelzendes Kältemittel 78' mit einem Schmelzpunkt im Bereich von 0° bis
20 -15°C enthält und von einer Mantelwandung 79 umschlossen ist. Ein Isoliermantel 80 mit einer äußeren Behälterwandung 81 umschließt die Mantelkammer 78. Der wiederum als Superisolierung ausgeführte Isoliermantel 80 ist zweiteilig mit einem becherförmigen Bodenmantelteil 82 und einem umgekehrt becherförmigen Deckelmantelteil 83 ausgeführt, so dass der Deckelmantelteil 83 abgenommen werden
25 kann, um den Deckel 77 und damit die Kühlkammer 74 zugänglich zu machen. In der in Figur 19 gezeigten Gebrauchsstellung (Versandstellung) liegen Bodenmantelteil 82 und Deckelmantelteil 83 stirnseitig aneinander an. Dabei ist im Bereich der Trennebene am Bodenmantelteil 82 ein schmaler innerer Stufenring 84 und am
Deckelmantelteil 2 ein schmaler äußerer Stufenring 85 vorgesehen, der den inneren
30 Stufenring 84 übergreift. Dadurch wird einem verstärkten Eindringen von Wärme im Bereich der Trennebene vorgebeugt.

Der nach Figur 19 vorgesehene Einsatz von zwei verschiedenen Kältemitteln 71' und 78' hat den Vorteil, dass die benötigte Menge an Kältemittel 71', das in der Regel

mehr oder minder giftig und daher kritisch ist, herabgesetzt werden kann und dafür ein weniger giftiges oder gar ungiftiges Kältemittel (beispielsweise Wasser oder Sole), das bei einer etwas höheren Temperatur im Bereich von 0 bis 15 °C schmilzt/erstarrt, eingesetzt werden kann.

5

Der Transportbehälter 1 wird eingesetzt beispielsweise um eine oder mehrere tiefgekühlte Gewebeproben von einem Ort an einen anderen Ort zu befördern, an denen jeweils stationäre Kühleinrichtungen für die Tiefkühlung vorhanden sind. Der Versandvorgang ist also ein Zwischenglied in einer Kühlkette. Die Versendung kann beispielsweise mittels Kurierdiensten erfolgen, die eine Beförderung auch an entfernte Orte der Welt innerhalb vergleichsweise kurzer Zeit von 1, 2 oder 3 Tagen gewährleisten. Im einzelnen wird dabei wie folgt vorgegangen:

10

Der Versender sorgt zunächst für eine Tiefkühlung des Innenbehälters 2, 30, 44, 70 und der Zusatzbehälter 3, 4, 37, 55 mit flüssigem Stickstoff unter vollständiger Verfestigung der Kältemittelfüllung 15', 24', 32', 38', 47', 57', 71', 78'. Sodann wird die in den Probenbehälter 18 eingelegte Probe 17 in die Kühlkammer 16, 31, 46, 74 eingesetzt und diese mit dem Schraubdeckel 14, 77 bzw. dem Schraubstopfen 42, 51 verschlossen. Nunmehr werden der Innenbehälter 2, 30, 44, 70 und ggf. die Zusatzbehälter 3, 4, 37, 55 in die Isolierung 6 eingelegt, wobei im Falle des Innenbehälter 30, 44 die Zusatzbehälter 37, 55, soweit diese beispielsweise bei einem langen Transportweg für eine erhöhte Kühlkapazität benötigt werden, zunächst mit dem Innenbehälter 30, 44 fest verschraubt werden. Darauf wird der Isolierdeckel 8 aufgesetzt und wird der Schraubdeckel 11 fest aufgeschraubt, woraufhin der Transportbehälter 1 möglichst verzögerungsfrei zum Versand gebracht wird.

20

25

Der Empfänger öffnet den Transportbehälter 1 und entnimmt den Probenbehälter 18 mit der Probe 17 in umgekehrter Reihenfolge. Zweckmäßig wird vom Empfänger beim Öffnen des Transportbehälters 1 die Temperatur in der Isolierkammer 5 der Isolierung 6 oder in der Kühlkammer 16, 31, 46, 74 gemessen, die dem Schmelzpunkt des Kältemittels entsprechend beispielsweise bei ca. - 40 °C liegen muß. Ist das nicht der Fall, so steht fest, dass die Kühlkapazität der Kältemittelfüllung 15', 24', 32', 38', 47', 57', 71', 78' wegen einer massiven Überschreitung der Transportzeit

30

nicht ausgereicht hat, so dass die Probe 17 evtl. Schaden genommen hat und dann auszusondern ist.

- 5 Ein gemäß vorstehenden Angaben mit einer 5 cm dicken Superisolierung versehener Transportbehälter 1 weist zum Beispiel einen Außendurchmesser von 24 cm und eine Länge von 24 cm auf und ist somit handlich und für die Kurierversendung bestens geeignet.

Patentansprüche:

1. Transportbehälter zur Kühlhaltung von gefrorenem Gut (17), insbesondere von gefrorenen biologischen Gewebeproben oder Zellkulturen, mit einer Isolierung (6), die eine Isolierkammer (5) umschließt, mit einem in der Isolierkammer (5) entnehmbar angeordneten Innenbehälter (2, 30, 44, 70), der in einer Kammer (15, 16; 31, 32; 46, 47, 74) das gefrorene Gut (17) aufnimmt, und mit einem durch Phasenumwandlung Kälte abgebenden Kältemittel (15', 32', 47', 71'), **dadurch gekennzeichnet**, dass wenigstens eine Kühlkammer (16, 31, 46, 74) für das Gut (17) und wenigstens eine von der Kühlkammer (16, 31, 46, 74) getrennte Kältemittelkammer (15, 32, 47, 71) vorgesehen ist, die das Kältemittel enthält und dauerhaft hermetisch verschlossen ist, dass ein Kältemittel (15', 32', 47', 71') mit einem Phasenübergang fest/flüssig im Temperaturbereich von -15° bis -100°C vorgesehen ist und dass die Isolierung (6) eine Superisolierung mit einer Wärmeleitzahl $\lambda \leq 0,01 \text{ W/m K}$ ist.
2. Transportbehälter nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass er von einem Kühlmantel (77, 80) mit einer Mantelkammer (77) umgeben ist, die ein Kältemittel (78') mit einem Phasenübergang fest/flüssig im Temperaturbereich von 0 bis -15°C enthält und mittels eines Isoliermantels (80) aus einer Superisolierung mit einer Wärmeleitzahl $\lambda \leq 0,01 \text{ W/m K}$ nach außen abgeschirmt ist.
3. Transportbehälter nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Kältemittelkammer (15, 32, 47, 71) wie die Kühlkammer (16, 31, 46, 74) im Innenbehälter (2, 30, 44, 70) ausgebildet ist.

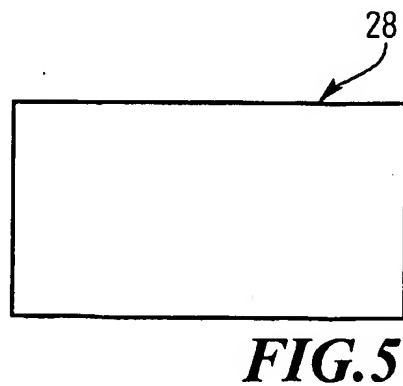
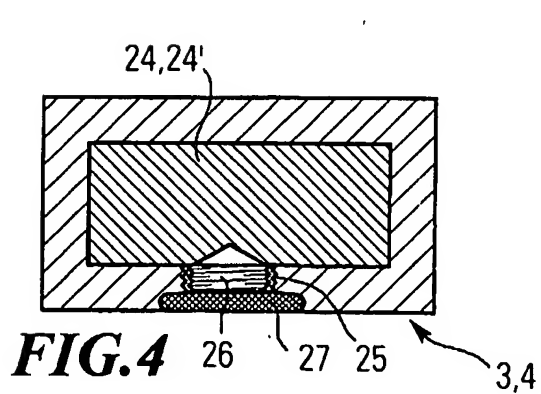
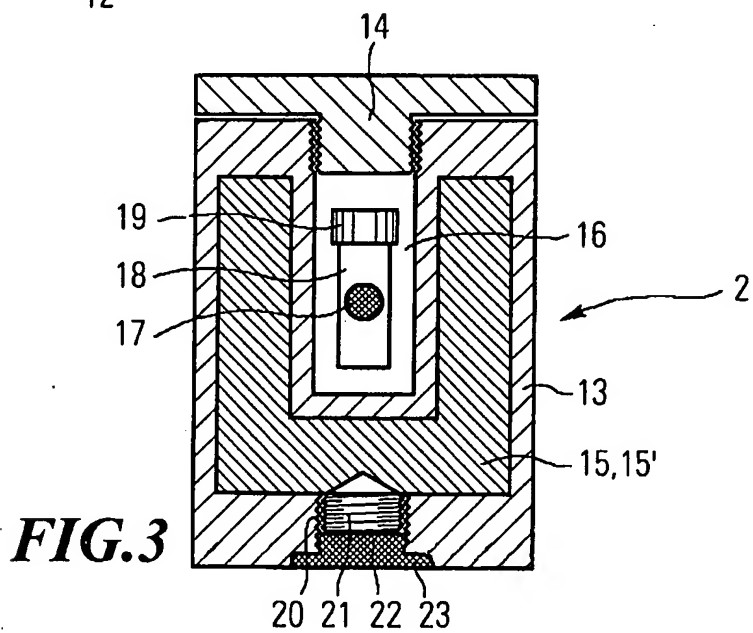
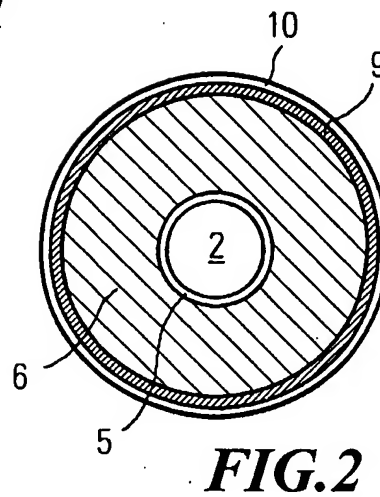
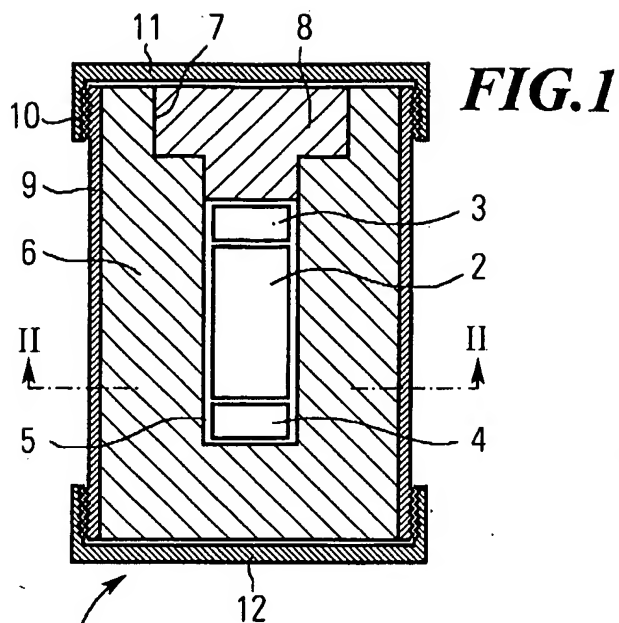
4. Transportbehälter nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet**, dass zur Anordnung in der Isolierkammer (5) wenigstens ein Kältemittel-Zusatzbehälter (3, 4; 37, 55) mit einer Kältemittelkammer (24, 38, 57) vorgesehen ist, der ebenfalls eine Einfüllöffnung (25, 33) aufweist, die nach dem Einfüllen von Kältemittel (24', 38', 57') dauerhaft hermetisch verschlossen ist.
5. Transportbehälter nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Innenbehälter (2, 30, 44, 70) und/oder der Zusatzbehälter (3, 4, 37, 55) aus Edelstahl, Titan oder einer Titanlegierung oder aus Aluminium oder aus einem kältefesten Kunststoff bestehen.
6. Transportbehälter nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Einfüllöffnung (20, 25, 33) für das Kältemittel (15', 32', 47') zugeschweißt ist.
7. Transportbehälter nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Einfüllöffnung (33) für das Kältemittel (15', 32', 47') durch einen Stopfen (21, 34, 48, 58, 62) verschlossen ist.
8. Transportbehälter nach Anspruch 7, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Stopfen (34, 48, 58, 62) mittels Wärmeschrumpfung mit Preßsitz angebracht ist.
9. Transportbehälter nach Anspruch 7 oder 8, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Einfüllöffnung (20, 25) innenseitig durch einen Schraubstopfen (21) verschlossen und außenseitig zugeschweißt ist.
10. Transportbehälter nach einem der Ansprüche 7 bis 9, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Einfüllöffnung (33) sich konisch verjüngt und durch einen konischen Stopfen (34, 62) verschlossen ist.
11. Transportbehälter nach einem der Ansprüche 7 bis 10, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Stopfen (34, 62) von einer Dichtung (36) aus amalgamformendem Metall wie Kupfer, Silber oder Gold umschlossen ist.

12. Transportbehälter nach Anspruch 11, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Dichtung (36) als elektrolytischer Überzug auf den Stopfen (34, 62) und/oder den Stopfensitz aufgebracht ist.
13. Transportbehälter nach einem der Ansprüche 10 bis 12, **dadurch gekennzeichnet**, dass ein Stopfen (62) mit einem Drehansatz (63) vorgesehen und der Stopfen (62) durch Rotieren in die konische Einfüllöffnung (33) eingeschliffen ist.
14. Transportbehälter nach einem der Ansprüche 6 bis 13, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Verschluss (62, 63) der Einfüllöffnung (33) außenseitig bis auf eine Bearbeitungsfläche (66, 67) abgetragen ist, die bündig mit der Oberfläche (68) des Gehäuses (13, 30, 45) der Kältemittelkammer (15, 32, 47) abschließt.
15. Transportbehälter nach einem der Ansprüche 1 bis 14, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Innenbehälter (2, 30) einen doppelwandigen Hohlzylinder aus Innenwand und Außenwand sowie einen Boden am einen Ende und eine Ringwand am anderen Ende aufweist, wobei die Kältemittelkammer (15, 32) zwischen den beabstandeten Zylinderwänden, der Ringwand und dem Boden gebildet ist und die Kühlkammer (18, 31) zentral angeordnet und von der Innenwand und dem Boden begrenzt ist.
16. Transportbehälter nach Anspruch 15, **dadurch gekennzeichnet**, dass auch der Boden des Innenbehälters (2) doppelwandig ausgeführt und die Kältemittelkammer (15) becherförmig ist.
17. Transportbehälter nach Anspruch 15 oder 16, **dadurch gekennzeichnet**, dass die dauerhaft verschlossene Einfüllöffnung (20) für das Kältemittel (15') zentral im Boden des Innenbehälters (2) vorgesehen ist.
18. Transportbehälter nach einem der Ansprüche 1 bis 14, **dadurch gekennzeichnet**, dass mehrere Kältemittelkammern (47) in Form von einzelnen axialen Bohrungen in einem Zylinderblock (45) vorgesehen sind.

19. Transportbehälter nach Anspruch 18, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Kältemittelkammern (47) kranzförmig um wenigstens eine Kühlkammer (46) angeordnet sind, die ebenfalls als axiale Bohrung im Zylinderblock (45) ausgeführt ist, der den Innenbehälter (64) bildet.
20. Transportbehälter nach einem der Ansprüche 1 bis 19, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Innenwand des Innenbehälters (2, 30, 44) ein Gewinde für einen die Kühlkammer (16, 31, 46) verschließenden Schraubdeckel (14) oder Schraubstopfen (42, 51) aufweist.
21. Transportbehälter nach einem der Ansprüche 1 bis 20, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Kühlkammer (16, 31, 46) eine angepaßte Länge zur Aufnahme eines Probenbehälters (18) und je eines Zusatzbehälters (3, 4, 37, 55) oberhalb und/oder unterhalb des Probenbehälters (18) aufweist.
22. Transportbehälter nach Anspruch 21, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Zusatzbehälter (37, 55) in stirnseitig feste Anlage mit dem Innenbehälter (30, 44) verschraubbar sind, wozu sie einen zentralen Gewindezapfen (39, 59) und der Innenbehälter (30, 40) stirnseitig entsprechende Gewindebohrungen (40, 41, 60, 61) aufweisen.
23. Transportbehälter nach Anspruch 21 oder 22, **dadurch gekennzeichnet**, dass gegen die Zusatzbehälter (3, 4, 37, 55) austauschbare Isolierstopfen (28) vorgesehen sind.
24. Transportbehälter nach einem der Ansprüche 1 bis 23, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Isolierung (6) becherförmig mit einer an den Innenbehälter (2, 30, 44) angepaßten zentralen Isolierkammer (5) ausgebildet ist, die mittels des Isolierverschlusses (8) verschließbar ist.
25. Transportbehälter nach einem der Ansprüche 1 bis 24, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Isolierung (6) von einem steifen Schutzrohr (9) umgeben ist, dessen Enden jeweils durch einen Schraubdeckel (11, 12) verschlossen sind.

26. Transportbehälter nach einem der Ansprüche 1 bis 25, **dadurch gekennzeichnet**, dass ein Kältemittel (15', 32', 47', 71') vorgesehen ist, das bei einer Temperatur $\leq -30^{\circ}\text{C}$ schmilzt/erstarrt.
27. Transportbehälter nach einem der Ansprüche 1 bis 26, **dadurch gekennzeichnet**, dass ein Kältemittel (15', 32', 47', 71') vorgesehen ist, das bei einer Temperatur $\geq -85^{\circ}\text{C}$ schmilzt/erstarrt.
28. Transportbehälter nach einem der Ansprüche 1 bis 27; **dadurch gekennzeichnet**, dass das Kältemittel (15', 32', 47', 71') Quecksilber ist.
29. Transportbehälter nach einem der Ansprüche 1 bis 27, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Kältemittel (15', 32', 47', 71') eine organische Substanz wie zum Beispiel Oktan 1-Hexanol, 2-Hexanon, Hexanal, Pyridin, 1,2,4-Trimethylbenzol, 1,3,5-Trimethylbenzol, Chlorbenzol oder eine Mischung organischer Substanzen ist.
30. Transportbehälter nach Anspruch 29, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Kältemittel (15', 32', 47', 71') zusätzlich Wasser als Mischkomponente enthält.
31. Transportbehälter nach Anspruch 30, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Kältemittel (15', 32', 47', 71') eine Mischung aus Diethylenglycol mit Wasser ist.
32. Transportbehälter nach einem der Ansprüche 1 bis 31, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Schmelzwärme des Kältemittels (15', 32' 47') mindestens 50J/ml beträgt.
33. Transportbehälter nach einem der Ansprüche 1 bis 32, **dadurch gekennzeichnet**, dass die vorgesehene Superisolierung eine Wärmeleitzahl $\lambda \leq 0,005 \text{ W/m K}$, vorzugsweise $0,002 \text{ W/m K}$, aufweist.

1/5



2/5

FIG. 7

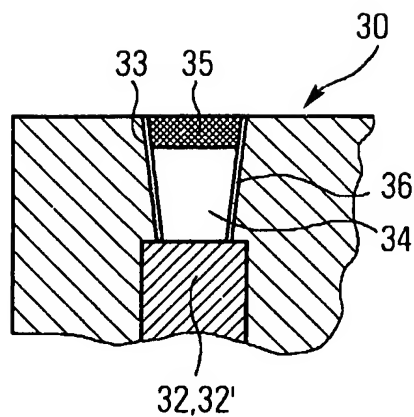
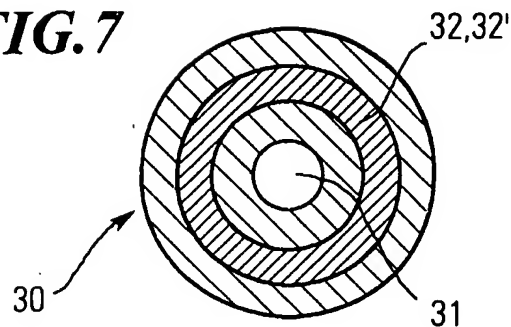


FIG. 8

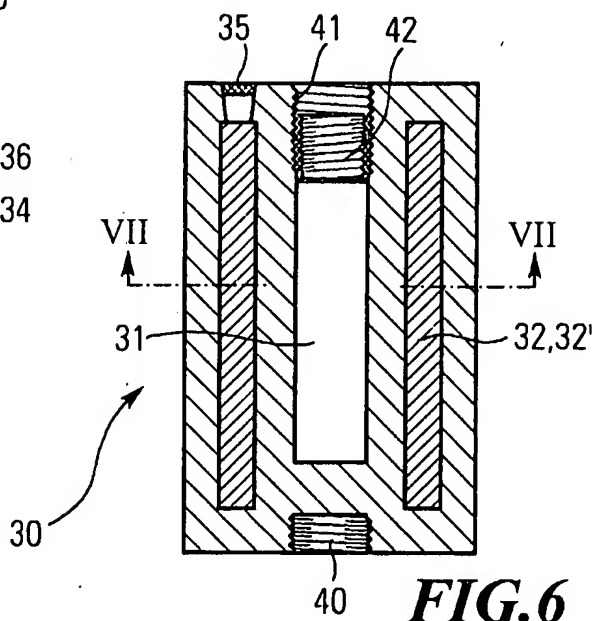


FIG. 6

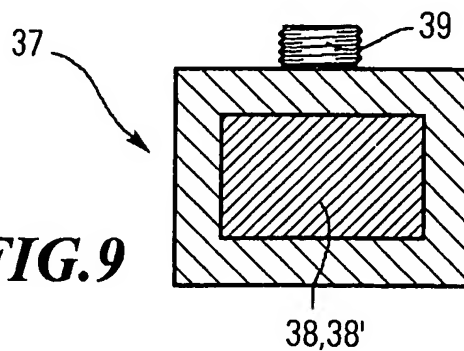
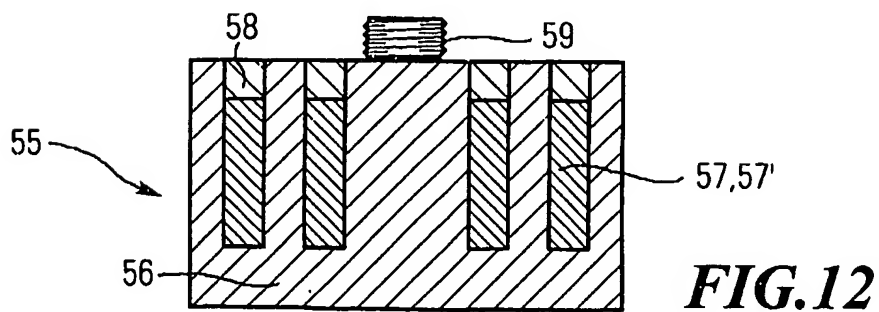
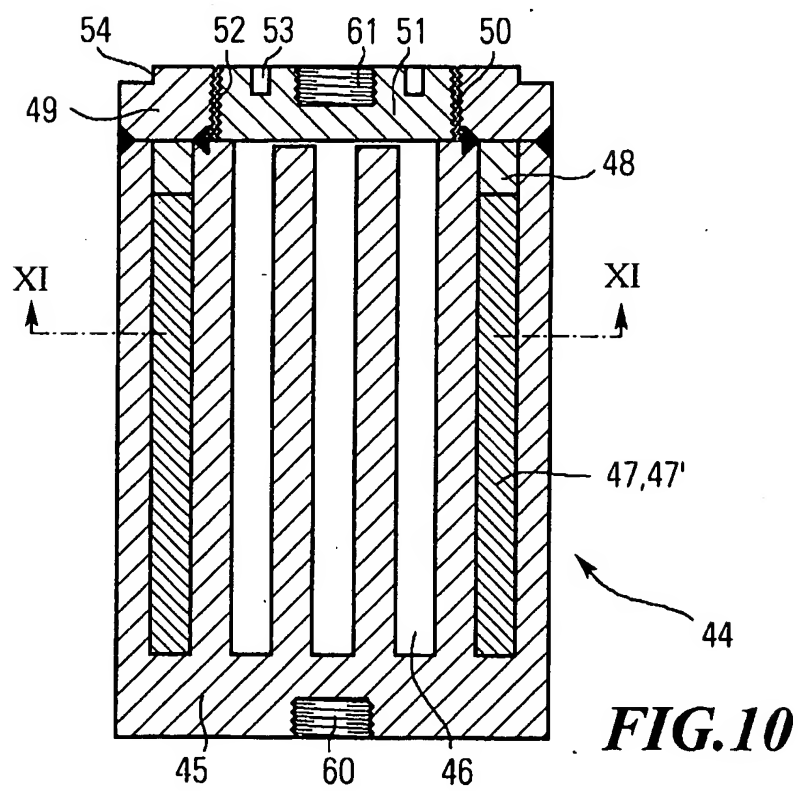
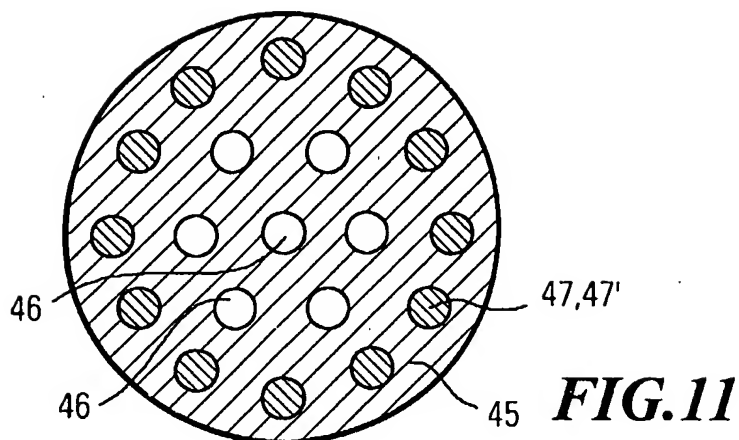


FIG. 9

3/5



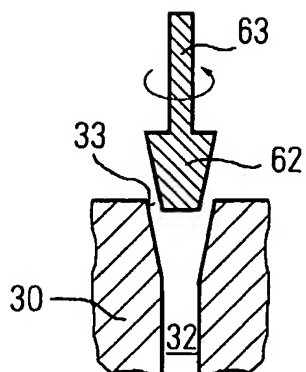


FIG. 13

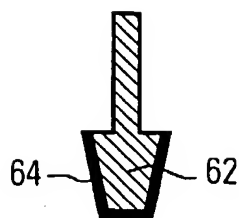


FIG. 14

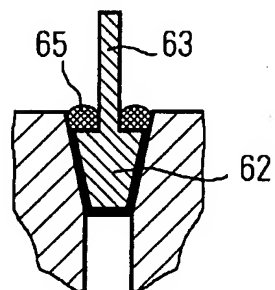


FIG. 15

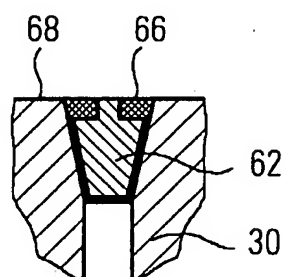


FIG. 16

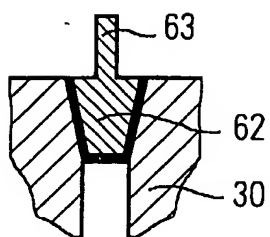


FIG. 17

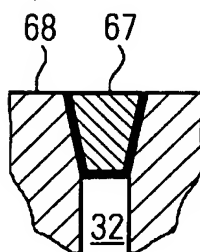
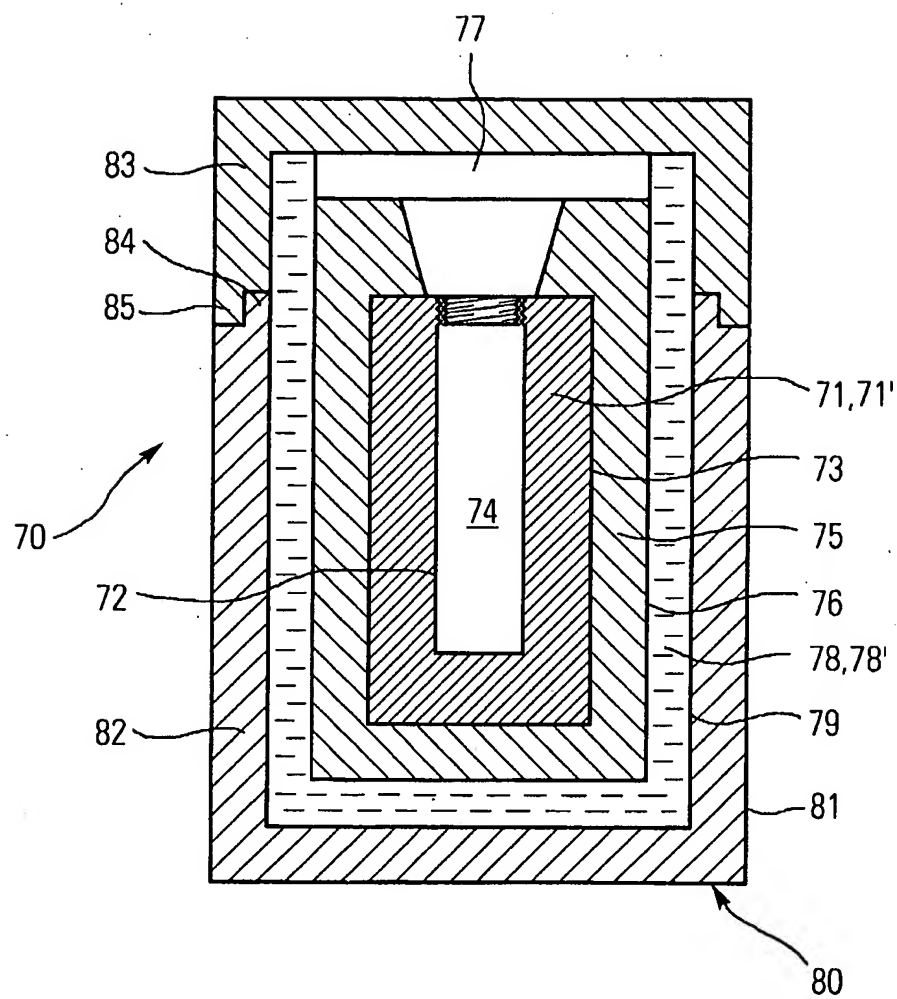


FIG. 18

5/5

**FIG.19**